

Practitioner's Docket No.: 782\_205

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the application of: Yuji KATSUDA and Hideyoshi TSURUTA

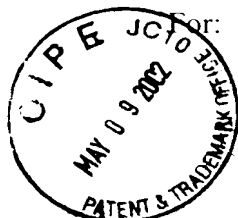
Ser. No.: 10/020,499

Group Art Unit: 1754

Filed: December 14, 2001

Examiner: Not Assigned

Conf. No.: 8724



For: ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODIES AND MEMBERS FOR  
SEMICONDUCTOR-PRODUCING APPARATUSES

Box Missing Parts  
Assistant Commissioner for Patents  
Washington, DC 20231

I hereby certify that this correspondence is being deposited  
with the United States Postal Service as first class mail  
addressed to **Box Missing Parts, Assistant Commissioner  
for Patents, Washington D.C. 20231 on May 2, 2002.**

*Elizabeth A. VanAntwerp*  
Elizabeth A. VanAntwerp

SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the  
following foreign country was requested by applicants on December 14, 2001 for the  
above-identified application:

<u>Country</u>	<u>Application Number</u>	<u>Filing Date</u>
Japan	2000-388,183	December 21, 2000

In support of this claim, a certified copy of the Japanese Application is enclosed  
herewith.

Respectfully submitted,

May 2, 2002  
Date

*Stephen P. Burr*  
Stephen P. Burr  
Reg. No. 32,970

SPB/cav

BURR & BROWN  
P.O. Box 7068  
Syracuse, NY 13261-7068

Customer No.: 25191  
Telephone: (315) 233-8300  
Facsimile: (315) 233-8320

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy  
of the following application as filed with this Office.

Date of Application : December 21, 2000

Application Number : Japanese Patent Application  
No. 2000-388183

Applicant(s) : NGK INSULATORS, LTD.

Certified on December 7, 2001

Commissioner,  
Patent Office

Kozo OIKAWA (Sealed)

Certification No. 2001-3106634



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月21日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-388183

出 願 人

Applicant(s):

日本碍子株式会社

2001年12月 7日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造

出証番号 出証特2001-3106634

【書類名】 特許願

【整理番号】 00P00746

【提出日】 平成12年12月21日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C04B 35/58

【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体及び半導体製造装置用部材

【請求項の数】 12

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

    【氏名】 勝田 祐司

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

    【氏名】 鶴田 英芳

【特許出願人】

    【識別番号】 000004064

    【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100072051

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

    【識別番号】 100059258

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 074997

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703804

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体及び半導体製造装置用部材

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 窒化アルミニウムを主成分とし、希土類金属元素を酸化物換算で 0.3 mol % 以上、2.0 mol % 以下、アルミナを 0.2 mol % 以上、1.0 mol % 以下含有しており、Si の含有量が 80 ppm 以下であり、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が 3  $\mu$ m 以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 2】 前記希土類金属元素（酸化物換算量）とアルミナとのモル比（希土類酸化物／アルミナ）が 1.0 以上、3.0 以下であることを特徴とする、請求項 1 記載の焼結体。

【請求項 3】 マイクロビッカース硬度が 1100 以上であることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載の焼結体。

【請求項 4】 四点曲げ強度が 400 MPa 以上であることを特徴とする、請求項 1－3 のいずれか一つの請求項に記載の焼結体。

【請求項 5】 熱伝導率が 130 W/mK 以上であることを特徴とする、請求項 1－4 のいずれか一つの請求項に記載の焼結体。

【請求項 6】 室温における体積抵抗率が  $1 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$  以上であることを特徴とする、請求項 1－5 のいずれか一つの請求項に記載の焼結体。

【請求項 7】 希土類金属元素を除く金属不純物元素の総含有量が 300 重量 ppm 以下であることを特徴とする、請求項 1－6 のいずれか一つの請求項に記載の焼結体。

【請求項 8】 希土類金属元素を除く金属不純物元素の総含有量が 50 重量 ppm 以下であることを特徴とする、請求項 7 記載の焼結体。

【請求項 9】 請求項 1－8 のいずれか一つの請求項に記載の焼結体によって少なくとも一部が構成されていることを特徴とする、半導体製造装置用部材。

【請求項 10】 前記焼結体からなる基材と、この基材中に埋設されている金属部材とを備えていることを特徴とする、請求項 9 記載の部材。

【請求項 11】 前記金属部材が少なくともヒーター用電極を含むことを特徴とす

る、請求項10記載の部材。

【請求項12】前記金属部材が少なくとも静電チャック用電極を含むことを特徴とする、請求項10または11記載の部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、窒化アルミニウム焼結体およびこれを利用した半導体製造装置用部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】窒化アルミニウムを主体とする材料は、半導体製造用ヒーター、静電チャック等へ適用されている。窒化アルミニウム原料粉末に対して、希土類金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物等の焼結助剤を添加することにより、焼結助剤が窒化アルミニウム粉末の表面の不純物酸素（アルミナ）と反応し、希土類金属-A1-Oもしくはアルカリ土類金属-A1-Oからなる液相を生成し、緻密化と粒成長が促進される。併せて不純物酸素のトラップ効果（希土類金属-A1-O生成、アルカリ土類金属-A1-O生成）により、窒化アルミニウム内への酸素の固溶を抑制し、高熱伝導化する。

【0003】例えば、本出願人は、特開平9-315867号公報において、高純度の窒化アルミニウムに酸化イットリウムを微量添加することによって、その体積抵抗率を室温で $10^8 - 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ に制御できることを開示した。

【0004】また、特公昭63-46032号公報においては、酸素を1重量%含む窒化アルミニウムを主成分とし、これにイットリウム、ランタン、プロセオジウム、ニオブ、サマリウム、ガドリニウム、ジスプロシウムの酸化物を0.01-15重量%添加した原料を得、この原料を成形、焼結して、酸素を0.01-20重量%含む、熱伝導率の高い窒化アルミニウム焼結体を製造しようとしている（請求の範囲）。この実施例1においては、酸素を1重量%含有する窒化アルミニウム粉末（平均粒径 $1 \mu\text{m}$ ）に酸化サマリウム粉末を3重量%添加し、混合し、圧力300kg/cm<sup>2</sup>、温度1800℃で1時間ホットプレスすることによって、室温での熱伝導率が121W・m/kの焼結体を得ている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】CVDやスパッタリングなどの製膜工程においては、ウエハー上に半導体薄膜をエピタキシャル成長させる必要があるために、一般的には、ウエハーを100℃以上、特に200℃以上の高温領域に加熱する必要がある。この際には、静電チャックに内蔵されたヒーター、あるいは静電チャックの下方において静電チャックと接触するように設けられたヒーターなどによって、静電チャックの吸着面を加熱する。

【0006】静電チャックにおいては、ウエハーを静電チャックの吸着面に設置した段階では、ウエハーの温度が低く、吸着後にウエハーの温度が飽和温度に向かって上昇していく。こうした静電チャックおよび半導体製造装置においては、吸着直後のウエハーと静電チャックとの接触に伴う衝撃によって、および接触後のウエハーの熱膨張による変形によって、窒化アルミニウム粒子が脱粒し、パーティクルが発生し得る。

【0007】本発明の課題は、窒化アルミニウム粒子が脱粒しにくく、高温領域、例えば300～500℃において $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い窒化アルミニウム焼結体を提供することである。

【0008】また、本発明の課題は、こうした窒化アルミニウム焼結体を利用することで、半導体製造装置内で脱粒しにくく、高温領域、例えば300～500℃において $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い半導体製造装置用部材を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、窒化アルミニウムを主成分とし、希土類金属元素を酸化物換算で0.3mol%以上、2.0mol%以下、アルミナを0.2mol%以上、1.0mol%以下含有する窒化アルミニウム焼結体であって、Siの含有量が80ppm以下であり、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が3μm以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

【0010】また、本発明は、前記焼結体によって少なくとも一部が構成されていることを特徴とする、半導体製造装置用部材に係るものである。

【0011】本発明者は、窒化アルミニウム焼結体の原料に対して、希土類金属



元素の化合物とアルミナとを添加し、焼成することにより、高い熱伝導率が得られるのと同時に、焼結体内での窒化アルミニウム粒子の粒成長が抑制され、高硬度な焼結体が見出されることを見出した。

【0 0 1 2】希土類酸化物は熱伝導率を向上させるために必要である。しかし、希土類酸化物のみを添加した場合には、高い熱伝導率が得られるが、粒成長が促進されることと、十分な量の希土類-A 1-O 粒子を分散させることができないため、高硬度と高強度とが得られない。従って、窒化アルミニウム焼結体をウエハー等に対して接触させたときに、十分な脱粒特性改善効果が得られない。

【0 0 1 3】これに対して、希土類金属元素とアルミナとを同時添加することで、焼結体が高硬度化した理由は、以下のように推定される。即ち、希土類-A 1-O からなる粒界相を窒化アルミニウム粒子の三重点近傍に局在化させたことによって、粒子分散効果が得られたものと考えられる。これにより焼結体の強度も向上している。アルミナの添加は、A 1 N 中の希土類-A 1-O 相の体積を増やし、分散粒子量を増やすために必要であり、かつ粒成長を抑制する効果を得る上でも必要である。

【0 0 1 4】窒化アルミニウム焼結体の硬度を高くし、かつ耐蝕性の低い金属元素を少なくすることによって、ウエハー吸脱着時の擦れによる窒化アルミニウム粒子の脱粒を低減できる。

【0 0 1 5】焼結体における希土類金属元素の量は、酸化物換算で 0. 3 m o l % 以上とし、これによって高い熱伝導率が得られる。この観点からは 0. 4 m o l % 以上とすることが更に好ましい。焼結体における希土類金属元素の量は、酸化物換算で 2. 0 m o l % 以下とし、これによって硬度等が特に高くなる。この観点からは 1. 5 m o l % 以下とすることが一層好ましい。

【0 0 1 6】焼結体におけるアルミナの量は 0. 2 m o l % 以上とし、これによって、窒化アルミニウム粒子の粒径が低く抑えられ、焼結体の硬度、強度が高く保持される。この観点からは、アルミナの量を 0. 2 5 m o l % 以上とすることが更に好ましい。

【0 0 1 7】焼結体におけるアルミナの量は酸化物換算で 1. 0 m o l % 以下とし、これによって、熱伝導率の低下を少なくすることができる。この観点からは

、0.60mol%以下とすることが更に好ましい。

【0018】希土類金属元素（酸化物換算量）とアルミナとのモル比（希土類酸化物／アルミナ）を1.0以上、3.0以下とすることによって、より高い熱伝導率と硬度および強度との両立が可能である。この観点から、前記モル比を1.2以上とすることが更に好ましく、また、2.5以下とすることが更に好ましい。

【0019】希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luが好ましい。

【0020】Siは、成膜プロセスにおいて特にハロゲン系クリーニングガスに対して腐食されやすい。窒化アルミニウム材料内に不純物として混入したSiは、粒内固溶及び／又は粒界析出の形で存在しているが、このSiの腐食速度は大きいことが予想され、選択的に腐食される。この結果、Siの近傍にある窒化アルミニウム粒子の脱粒が促進され、もしくはSiの近傍にある窒化アルミニウム粒子同士の結合を弱くし、ウエハーの吸脱着時の擦れによる脱粒が促進される。

【0021】Si以外の不純物金属も、Siと同様に耐食性が低い傾向がある。このため、脱粒を低減するには、不純物金属を少なくすることが望ましい。この観点からは、希土類金属元素を除く金属不純物元素（アルミニウムは当然除くが、珪素原子は含む）の総含有量を300重量ppm以下とすることが好ましく、50重量ppm以下とすることが一層好ましい。

【0022】本発明においては、窒化アルミニウム粒子を微細化することにより、焼結体表面を研磨仕上げした後の表面粗さを非常に小さく制御できる。これにより、ウエハー吸脱着時のウエハーと窒化アルミニウムとの接触点数（吸着箇所）が増えることにより、吸脱着にかかる窒化アルミニウム粒子への応力（負荷）が分散され、脱粒しにくくなる。窒化アルミニウム粒子径とRa、Rtにも概ね相関があり、粒径が小さいほどRa、Rtの小さい表面仕上げが可能である。

【0023】本発明の焼結体においては、130W/mk以上の熱伝導率が得られる。本発明の焼結体では、希土類金属の化合物に加え、アルミナを添加し、更に粒成長を抑制していることから、熱伝導率は通常160W/mk以下となることが多い。

【0024】窒化アルミニウム焼結体の相対密度は、95%以上であることが好ましい。

【0025】好適な実施形態においては、高純度原料粉末の使用によりSi量を少なくする。このためには、AlN、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ともに高純度粉末を原料として使用する。

【0026】窒化アルミニウム原料粉末は、低温で均質に焼結させる必要があるため、粒度分布がシャープで微粒なものが望ましい。市販粉末の中では、還元窒化粉末もしくはアルキルアルミニウムによる気相合成粉末が適している。直接窒化粉末の中では、粒度分布がブロード、粒径が大きく、かつ不純物量が多いものは不適當である。

【0027】希土類金属元素の酸化物粉末及びアルミナ粉末は、高純度な微粒粉末が望ましい。希土類金属元素の化合物としては、酸化物以外に、硝酸塩、硫酸塩、シュウ酸塩、アルコキシドなど、加熱によって酸化物を生成する化合物（酸化物の前駆体）を使用できる。希土類金属元素酸化物の前駆体は、粉末の状態で添加できる。また、硝酸塩、硫酸塩、アルコキシドなどの化合物を溶剤に溶解させて溶液を得、この溶液を原料粉末に添加できる。このように、酸化物の前駆体を溶媒中に溶解させた場合には、窒化アルミニウム粒子間に希土類金属元素酸化物を高度に分散させることができる。

【0028】また、原料としては、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、シュウ酸アルミニウム、アルミニウムアルコキシドなど、加熱によってアルミナを生成する化合物（アルミナの前駆体）を使用できる。アルミナの前駆体は、粉末の状態で添加できる。また、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、アルミニウムアルコキシドなどの化合物を溶剤に溶解させて溶液を得、この溶液を原料粉末に添加できる。

【0029】焼結体の成形は、乾式プレス、ドクターブレード法、押し出し、鋳込み等公知の方法を適用できる。

【0030】本発明の焼結体は、ホットプレス焼成によることが好ましく、被焼成体を50kgf/cm<sup>2</sup>以上の圧力でホットプレス焼結させることが好ましい。ホットプレス焼成により、比較的低温で緻密化と粒成長の抑制の両立が可

能であり、ポアフリーな焼結体を得られる。

【0031】焼結体中におけるAlN相以外の結晶相は、例えばイットリアを添加した場合には、現在のところYAG(Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)、YAL(YAlO<sub>3</sub>)、YAM(Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の単相及び複相から構成されるが、脱粒特性との明確な関係は見出されていない。

【0032】本発明の焼結体は、シリコンウエハーの処理装置や液晶ディスプレイ製造装置のような半導体製造装置内の各種部材として、好適に用いることができる。また、フラットパネルディスプレイ装置における基板として好適である。

【0033】この半導体製造用部材は、特に好ましくは、半導体製造装置用のサセプター等の耐蝕性部材である。また、この耐蝕性部材中に金属部材を埋設してなる金属埋設品に対して好適である。耐蝕性部材としては、例えば半導体製造装置中に設置されるサセプター、リング、ドーム等を例示できる。サセプター中には、抵抗発熱体、静電チャック電極、高周波発生用電極等を埋設できる。

【0034】また、本発明の焼結体は前記のように抵抗値が高く、かつ高純度であることから、高温静電チャックの基材に対して特に有用である。この静電チャックの基材の内部には、静電チャック電極の他、抵抗発熱体、プラズマ発生用電極等を更に埋設できる。

【0035】

#### 【実施例】

##### (原料調製)

窒化アルミニウム粉末として、高純度還元窒化粉末2種類(A,B)を使用した。いずれも、酸素を除く純度は99.9%以上であり、平均粒径は1～1.5 μm程度である。主な不純物は、原料Aでは、Si:10ppm、Fe:4ppm、Ca:10ppm、C:320ppmであり、原料Bでは、Si:35ppm、Fe:10ppm、Ca:240ppm、C:250ppmである。イットリア粉末としては、純度99.9%以上、平均粒径0.3 μmのものをを使用した。アルミナ粉末としては、純度99.99%以上、平均粒径0.5 μmのものをを使用した。

【0036】これらの粉末を表1、表3に示す割合となるよう秤量し、イソプロピルアルコールを溶媒とし、ナイロン製のポット及び玉石を用いて4時間湿式混合した。混合後、スラリーを取り出し、110℃で乾燥した。更に乾燥粉末を450

℃で5hr 大気雰囲気中で熱処理し、混合中に混入したカーボンを消失除去し、原料粉末を作製した。

【0037】（成形、焼成）

上記調合粉末を20MPa の圧力で一軸プレス成形し、直径φ100mm で厚さ20mm程度の円盤状成形体を作製し、焼成用黒鉛モールドに収納した。次いで、ホットプレスを用い、プレス圧力20MPa、窒素雰囲気圧力0.15MPa 下で、所定温度、時間焼成したのち、冷却した。なお、室温から1000℃までは真空とし、1000℃以上で窒素を導入した。

【0038】（評価）

得られた焼結体に対し、以下の評価を行った。評価結果を表1-4に示す。

高密度、開気孔率：アルキメデス法による水中測定。

金属成分含有量：誘導結合プラズマ(ICP) 発光スペクトル分析により定量。

酸素含有量：不活性ガス融解赤外線吸収法により定量。

Y2O3含有量(希土類酸化物含有量)：ICP によるY 分析値より、Y2O3量に換算

Al2O3 含有量：酸素定量値より、Y2O3含有酸素量を引き、残りの酸素が全てAl2O3 であるとして算出。

AlN 含有量：100 より上記Y2O3、Al2O3 含有量を差し引き算出。

結晶相：X 線回折測定装置により同定。測定条件はCuK α、35kV、20mA、2θ=20-70°。

体積抵抗率：JIS2141Cに準じた方法により、室温から600℃程度まで測定。試験片厚みは1mm とし、電極形状を主電極径20mm、ガード電極内径30mm、外径40mm、印加電極45mmとし、電圧を500V/mm 印加し、一分後の電流値より体積抵抗率を算出。

曲げ強度：JISR1601による室温四点曲げ強度。

熱伝導率：JISR1611、レーザフラッシュ法により室温の熱拡散率を測定し算出。比熱は753J/kgKとした。

硬度：JISR1610に準じたマイクロビッカース法により測定。試験片表面は鏡面仕上げし、荷重は500gf とした。

表面粗さ(Ra,Rt)測定:直径75mm×厚さ1.7mmの円盤状試験片をポリッシュにより表面を鏡面加工し、表面粗さを測定した。触針先端径は2  $\mu$ mとし、長さ4.8mmで4カ所測定し、平均した。

【0039】脱粒特性:上記鏡面仕上げした円盤状試験片の片側に電極を作製し、ヒーターの上にシリコンウエハー(直径150mm)、円盤状試験片(鏡面側をシリコンウエハーに接触)の順に積層した。次いで、ヒーターを加熱し、円盤状試験片の温度を400℃で安定化した後、シリコンウエハーと試験片の電極間に500Vを電圧印加し、シリコンウエハーと試験片を1分間吸着させた。冷却後、試験片の10-50mm<sup>2</sup>を電子顕微鏡により観察し、窒化アルミニウム粒子の脱粒個数をカウントし、直径75mmの面積(1406mm<sup>2</sup>)あたりの個数として算出した。

平均粒径:鏡面仕上げサンプルを電子顕微鏡により観察し、窒化アルミニウム粒子30個のコード長さを平均し、1.5を乗じた値とした。

【0040】

【表1】

原料組成				焼成条件		焼結体の特性										
実施例	AlN	Y2O3	Al2O3	焼成温度	保持時間	高密度	開気孔率	体積抵抗率	曲げ強度	熱伝導率	マイクロピッカース硬度	結晶相 (AlNを除く)	表面さ		平均粒径	
	種	重量部	重量部	℃	hr	g/cm3	%	Ω・cm	MPa	W/mK			Ra (nm)	Rt (nm)	μm	
1	A	100	5	1.5	1800	2	3.34	<0.01	2E+16	441	139	1146	YAG+YAL	10	102	2.0
2	A	100	5	1.5	1750	2	3.34	<0.01	1E+16	458	133	1221	YAG+YAL	9	83	1.9
3	A	100	5	0.75	1800	2	3.34	<0.01	1E+16	470	160	1179	YAG+YAL	9	98	2.5
4	B	100	3	0.2	1800	2	3.31	<0.01	8E+15	446	153	1120	YAL	11	129	2.6
5	B	100	3	1	1750	2	3.30	<0.01	7E+15	501	141	1130	YAG	10	84	2.1
6	B	100	5	0.75	1800	2	3.34	<0.01	1E+16	477	158	1100	YAL+YAM	13	121	2.9
7	B	100	5	1.5	1800	2	3.34	<0.01	7E+15	489	148	1110	YAG+YAL	12	126	2.8
8	B	100	5	1.5	1750	2	3.34	<0.01	7E+15	441	140	1110	YAG+YAL	10	93	2.5

【0041】

【表 2】

	焼結体の化学分析値							焼結体の組成				脱粒 特性
	Si	Fe	Ca	Y	O	C		Y2O3	Al2O3	AlN	Y2O3/ Al2O3	
	ppm	ppm	ppm	wt%	wt%	wt%		mol%	mol%	mol%	mol 比	
実施例 1	3	4	5	3.67	2.18	0.03		0.89	0.50	98.61	1.77	0
実施例 2	3	4	5	3.63	2.19	0.03		0.88	0.51	98.61	1.72	0
実施例 3	3	5	4	3.69	1.88	0.04		0.89	0.37	98.74	2.39	28
実施例 4	25	7	220	2.26	1.31	0.03		0.54	0.29	99.17	1.86	28
実施例 5	28	7	220	2.25	1.63	0.03		0.53	0.42	99.04	1.26	0
実施例 6	27	6	210	3.65	1.87	0.04		0.88	0.37	98.75	2.37	28
実施例 7	26	6	210	3.63	2.17	0.03		0.88	0.50	98.62	1.75	28
実施例 8	27	7	220	3.58	2.17	0.03		0.86	0.51	98.63	1.71	0

【0042】



【表 3】

原料組成			焼成条件		焼結体の特性											
比較例	AlN	Y2O3	Al2O3	焼成温度 ℃	保持時間 hr	蒸気密度	開気孔率	体積抵抗率	曲げ強度	熱伝導率	マイクロピッカース硬度	結晶相 (AlN を除く)	表面粗さ		平均粒径	
	種	重量部	重量部			g/cm3	%	Ω・cm	MPa	W/mK			Ra (nm)	Rt (nm)	μm	
1	B	100	2	0	1800	2	3.29	<0.01	8E+15	384	152	1070	YAG+YAL	21	178	2.7
2	B	100	5	0	1800	2	3.32	<0.01	4E+15	338	175	1070	YAM	20	174	3.2
3	B	100	5	0	1900	2	3.30	<0.01	1E+14	325	187	1020	YAM	26	240	5.5
4	A	100	5	1.5	1900	2	3.34	<0.01	4E+14	434	153	1040	YAG+YAL	18	188	4.2
5	B	100	3	1	1900	2	3.30	<0.01	4E+14	438	145	1060	YAG+YAL	21	197	4.4
6	B	100	5	1.5	1900	2	3.29	<0.01	3E+14	429	168	1060	YAG+YAL	23	209	4.7

【0043】

【表 4】

	焼結体の化学分析値						焼結体の組成				脱粒 特性
	S i	F e	C a	Y	O	C	Y2O3	Al2O3	A l N	Y2O3/ Al2O3	
	ppm	ppm	ppm	wt%	wt%	wt%	mol%	mol%	mol%	mol 比	φ 75mm 当たり の脱粒 個数
比較例 1	23	7	220	1.51	1.04	0.03	0.35	0.26	99.39	1.37	253
比較例 2	22	9	180	3.67	1.54	0.04	0.88	0.23	98.89	3.83	281
比較例 3	20	8	88	1.58	0.90	0.03	0.37	0.19	99.43	1.91	844
比較例 4	11	4	5	3.54	2.20	0.04	0.85	0.52	98.62	1.63	478
比較例 5	30	7	180	2.11	1.54	0.04	0.50	0.40	99.10	1.25	591
比較例 6	22	8	67	1.14	0.81	0.03	0.27	0.20	99.53	1.30	703

【0044】図1には、実施例の材料の電子顕微鏡写真を示す。この写真において、窒化アルミニウム粒子の三重点に白く孤立している粒子がY-A1-O相である。

【0045】実施例1-8および図1に示すように、窒化アルミニウム焼結体に所定量のイットリア及びアルミナを含有させ、かつ粒径を $3\mu\text{m}$ 以下に制御することにより、脱粒の少ない窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

【0046】本焼結体の不純物金属含有量（希土類金属を除く）は数十ppmから300ppm程度であり、非常に少なく、特にSi含有量は30ppm以下と少なく、半導体製造プロセス雰囲気下での高い耐食性が得られる。

【0047】脱粒特性の良好な焼結体は、表面の硬度が高く（1100以上）、曲げ強度が大きく（400MPa以上）、かつ表面粗さ（Ra,Rt）が小さい。不純物量の一層少ない原料Aを用いた実施例において、特に粒成長が抑制され、脱粒特性が良好である。熱伝導率は130～160W/mKであり、高熱伝導である。

【0048】これら焼結体の高温電気特性を図2及び図3に示す。いずれも500℃で $1 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ （ $1\text{e}8 \Omega \cdot \text{cm}$ ）以上の高抵抗を有する。静電チャックに適応可能な抵抗範囲を $1\text{e}8$  から  $1\text{e}12 \Omega \cdot \text{cm}$ とした場合、いずれの材料とも300～500℃の温度範囲でこの最適な抵抗範囲を満足しており、この温度領域において静電チャックとしての十分な吸脱着機能を有する。また、熱伝導率が高く、粒径の小さい焼結体ほど、体積抵抗率は高い傾向がある。熱伝導率が高い焼結体ほど、窒化アルミニウム粒子内の欠陥が少なく、導電キャリアとなる電子が少ないことが原因と推察する。粒径が小さい焼結体ほど、粒界抵抗が高いものと推察する。

【0049】比較例1-6においては、焼結体中にイットリア及びアルミナ量が所定量ないこと、もしくは粒径が $3\mu\text{m}$ より大きいこと等により、脱粒量が多くなっている。更に、硬度、強度とも小さい傾向がある。粒成長に伴い、表面のRa、Rtとも大きくなっている。

【0050】

【発明の効果】以上述べたように、本発明の窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウム粒子が脱粒しにくく、高温領域、例えば300～500℃において $10^8$

$\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い。

【図面の簡単な説明】

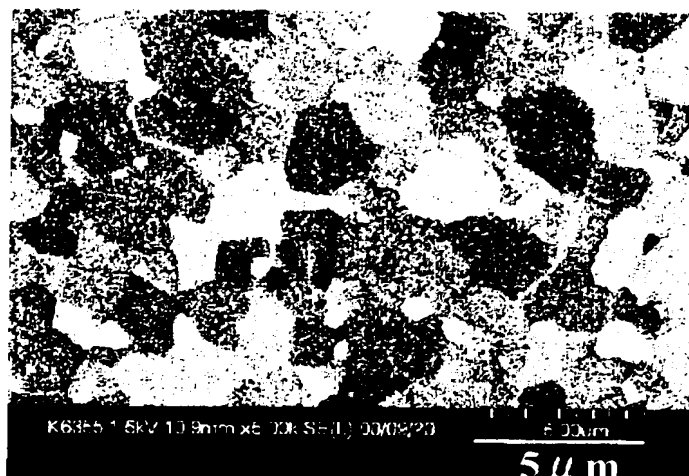
【図 1】 実施例 1 の材料の電子顕微鏡写真である。

【図 2】 実施例 1 - 4 の各焼結体の体積抵抗率  $\rho$  と温度  $T$  との関係を示すグラフである。

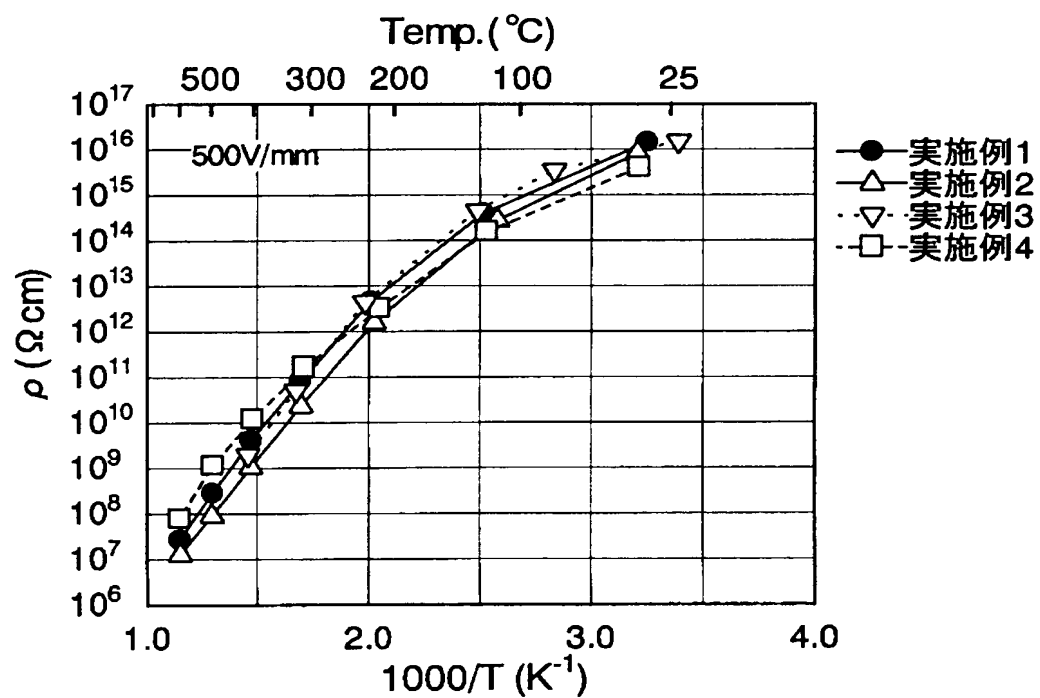
【図 3】 実施例 5 - 8 の各焼結体の体積抵抗率  $\rho$  と温度  $T$  との関係を示すグラフである。

【書類名】 図面

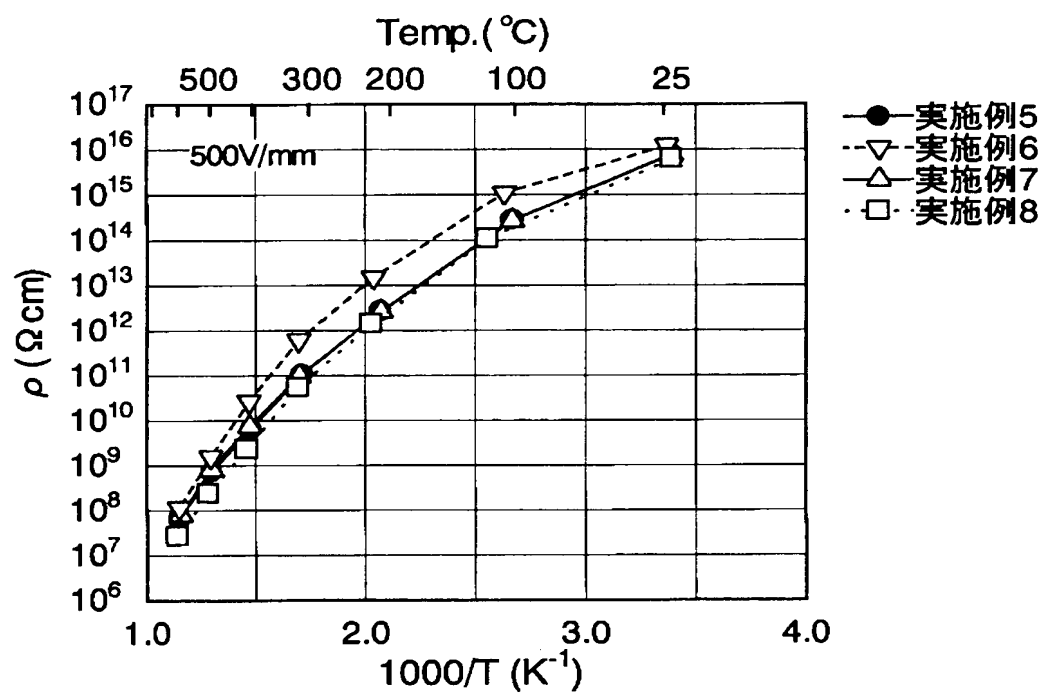
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】窒化アルミニウム粒子が脱粒しにくく、高温領域、例えば300 ～500 ℃において  $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$  以上の高抵抗値を示し、熱伝導率も比較的高い窒化アルミニウム焼結体を提供すること。

【解決手段】窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウムを主成分とし、希土類金属元素を酸化物換算で0.3 mol %以上、2.0 mol %以下、アルミナを0.2 mol %以上、1.0 mol %以下含有しており、Siの含有量が80 ppm以下であり、窒化アルミニウム粒子の平均粒径が3  $\mu\text{m}$  以下である。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004064]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

氏 名 日本碍子株式会社